

DOCKET NO.: 208959US3PCT

09/831896  
PCT/PTO 24 MAY 2001

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: SAWADA Naotaka et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP99/06526

INTERNATIONAL FILING DATE: November 22, 1999

FOR: PRECIPITATION TUBE FOR CENTRIFUGAL SEPARATION

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Japan	10-335949	26 November 1998
Japan	11-228544	12 August 1999


Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP99/06526.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



22850

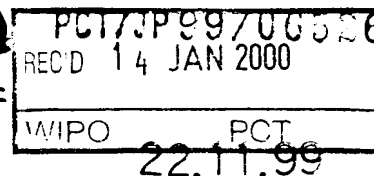
(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 1/97)

  
C. Irvin McClelland  
Attorney of Record  
Registration No. 21,124  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423



日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1998年11月26日

出 願 番 号

Application Number:

平成10年特許願第335949号

出 願 人

Applicant (s):

株式会社大日本精機  
藤沢薬品工業株式会社

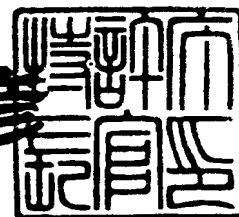
PRIORITY  
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年12月24日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特平11-3089669

【書類名】 特許願

【整理番号】 1008498Y26

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B04B 5/02

【発明の名称】 遠心分離用沈殿管

【請求項の数】 6

【発明者】

    【住所又は居所】 京都府長岡京市神足棚次 8 番地 株式会社大日本精機内

    【氏名】 馬場 明吉

【発明者】

    【住所又は居所】 大阪府摂津市鶴野 4 - 3 - 3 4 - 5 1 7

    【氏名】 西村 伸太郎

【特許出願人】

    【識別番号】 591017892

    【氏名又は名称】 株式会社大日本精機

    【代表者】 杉原 正芳

【特許出願人】

    【識別番号】 000005245

    【氏名又は名称】 藤沢薬品工業株式会社

    【代表者】 藤山 朗

【代理人】

    【識別番号】 100088948

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 間宮 武雄

    【電話番号】 075-313-0680

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 055930

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 遠心分離用沈殿管

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 上部が開口した有底の筒状をなす容器本体と、

この容器本体の上部開口を解放可能に液密に閉塞する密閉手段とを備えた遠心分離用沈殿管において、

前記容器本体の内部に、それより小径の内筒を挿入し固定して、容器本体の内周面と内筒の外周面との間に遠心分離室が形成されるようにし、その遠心分離室の上部および下部を前記内筒の内側の抽出室とそれぞれ連通させるとともに、

前記内筒内に、その軸線方向に摺動自在にかつ抜脱可能に、下端部が前記容器本体の内底面付近まで挿入されるピストン栓を嵌挿し、

前記ピストン栓が前記内筒内へ最奥まで差し入れられたときに前記遠心分離室の上部および下部と前記抽出室との連通をそれぞれ遮断し、前記ピストン栓が前記内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に前記遠心分離室の上部空間と前記抽出室のピストン栓下端面側の空間とを連通させるようにしたことを特徴とする遠心分離用沈殿管。

【請求項 2】 前記密閉手段と前記ピストン栓とが接続された請求項 1 記載の遠心分離用沈殿管。

【請求項 3】 前記ピストン栓が前記内筒内へ嵌挿されたときに内筒の内周面に液密に密接するシール材が、前記ピストン栓の外周面に挿着された請求項 1 または請求項 2 記載の遠心分離用沈殿管。

【請求項 4】 前記内筒の上端面が前記容器本体の内部で開口して、前記遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、

前記ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔が形設された請求項 1 ないし請求項 3 のいずれかに記載の遠心分離用沈殿管。

【請求項 5】 前記内筒に連通孔が穿設されて、その連通孔を通し前記遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、

前記ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔が形設されるとともに、前記ピストン栓の外周面に、前記細孔と連通する溝もしくは凹面部が

形設された請求項 1 ないし請求項 3 のいずれかに記載の遠心分離用沈殿管。

【請求項 6】 前記内筒の内径が、その下端部に比べてそれより上側の部分が大きくなるようにされた請求項 1 ないし請求項 3 のいずれかに記載の遠心分離用沈殿管。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、2 つもしくはそれ以上の液相に分離可能である混合液を、遠心力を利用して比重の差により分離する場合に使用される遠心分離用沈殿管（以下、「遠沈管」という）に関する。

【0002】

【従来の技術】

例えば、血清中に含まれる薬物の濃度を測定する場合には、血清中の薬物をクロロホルムで抽出するようにするが、この場合、血清に緩衝液を添加しさらにクロロホルムを加えた混合液を十分に振盪させた後、遠心分離機を使用して混合液を水相（上層液）とクロロホルム相（下層液）とに分離させ、クロロホルム相を所定量だけ秤取するようにしている。このように、遠心分離機を使用して 2 つの液相に分離可能な混合液、例えば水と有機溶媒との混合液を比重の差により上層液と下層液とに分離する場合には、遠沈管が使用される。従来の遠沈管は、上面が開口した管状をなす容器本体と、この容器本体の上面開口を液密に閉塞するキャップとから構成されている。この遠沈管を用いて混合液を上層液と下層液とに分離するには、容器本体に混合液を注入し、容器本体の上面開口にキャップを密嵌させた後、遠沈管を遠心分離機にかける。これにより、遠沈管内の混合液は、比重の差で上層液と下層液とに分離される。遠心力により遠沈管内で分離された上層液と下層液のうち、下層液を分取するには、シリンジを使用して、吸引ノズルを通し上層液の全部を吸引して容器本体内から排出し、あるいは、手作業による場合にはホールピペットやピペットなどを使用して、上層液と下層液との境界面を目視で確認しながら上層液の全部を容器本体内から除去することにより、容器本体内に下層液だけを残す方法が一般的に行なわれている。

## 【0003】

しかしながら、シリンジにより吸引ノズルを通し上層液の全部を吸引して容器本体内部から取り除く方法では、吸引ノズルによって上層液を吸引する際に液流を生じ、このため、上層液の一部が下層液と混ざり合ってしまう、上層液のみを取り除くことが困難になる、といった問題点がある。また、ホールピペット等を用いた手作業による方法では、上層液を下層液の境界面付近まで排除したときに、液の種類によっては上層液の一部が下層液と混ざり易くなるので、上層液だけを容器本体内部から取り除くには、相当の熟練度を要する、といった問題点がある。

## 【0004】

そこで、上記したような問題点を解決する遠沈管として、特開平9-285740号公報には、図9および図10にそれぞれ縦断面図で示されているように、上面が開口した管状をなす容器本体130の上面開口を液密に閉塞するキャップ132、142を、密栓部134、144と内管部136、146と閉塞部138、148とから構成した遠沈管が開示されている。これらの遠沈管の密栓部134、144は、容器本体130の上端部に差し込まれて外周面が密嵌し、中央部に貫通孔140、150が形成されている。内管部136、146は、容器本体130の内径寸法より小さい外径寸法を有し下部が次第に細径に形成された管状をなしており、その上端部が密栓部134、144の貫通孔140、150の内周部に固着されて密栓部134、144と一体化されている。また、内管部136、146は、容器本体130の上端部に密栓部134、144を密嵌させたときに下端が容器本体130の内底面付近に位置する程度の長さに形成されている。図9に示した遠沈管の閉塞部138は、内管部136の下端口に上向きに差し込まれて内管部136の下端を液密に閉塞する詰め栓によって形成されており、この閉塞部138は、下向きの押圧力、すなわち分注ノズルやピペットの下端によって下向きに押し付けられる力により容易に脱落するようになっている。また、図10に示した遠沈管の閉塞部148は、内管部146の下端に一体形成された薄板状部によって形成されており、この閉塞部148は、分注ノズルやピペットの下端によって下向きに押し付けられることにより、容易に破裂するようになっている。



## 【0005】

図9および図10に示した遠沈管は、その容器本体130内に遠心力で分離しようとする液体を注入した後、キャップ132、142の内管部136、146が容器本体130内に深く差し入れられ液体中に挿入されるようにして、密栓部134、144を容器本体130の上端部に密嵌させ、この状態で遠心分離機にかけられる。これにより、遠沈管内の液体は、比重の差によって上層液と下層液とに分離される。このとき、キャップ132、142の内管部136、146は、容器本体130内の液体中に挿入されてその下端が容器本体130の内底面付近に位置しているため、内管部136、146の下端は、液密に閉塞されて上層液と下層液との境界面より下方に位置し、内管部136、146の下端付近は下層液中に挿入された状態になっている。このような状態の遠沈管から下層液だけを抽出するには、分注ノズルやピペッタの下端部を、キャップ132、142の密栓部134、144の貫通孔140、150を通り内管部136、146の内方へ深く差し入れ、分注ノズルやピペッタの下端で内管部136、146の下端の閉塞部138、148を下向きに押圧する。これにより、内管部136、146の下端を閉塞している閉塞部138、148が脱落もしくは破裂し、分注ノズルやピペッタの下端が下層液中に挿入される。その後、シリンジを駆動させて分注ノズル内へ液体を吸入し、あるいはピペッタを手動操作してピペッタ内へ液体を吸入すると、分注ノズルやピペッタの下端は下層液中に挿入されているため、下層液だけが分注ノズルやピペッタ内へ吸入される。

## 【0006】

## 【発明が解決しようとする課題】

ところが、図9および図10に示したような遠沈管では、液体を上層液と下層液とに分離させた後、分注ノズルやピペッタの下端で内管部136、146の下端の閉塞部138、148を下向きに押圧して、内管部136、146の下端を閉塞している閉塞部138、148を脱落もしくは破裂させた際に、内管部136、146内へ下層液が勢い良く流入する。このため、上層液と下層液との境界面が乱され、上層液の一部が下層液側に混ざり込んで下層液と一緒に内管部136、146内へ流入する、といったことが起こる。この結果、上層液の一部が下

層液と混ざり合って分注ノズルやピペッタ内へ吸入され、下層液にコンタミネーションを生じる恐れがある。

## 【0007】

この発明は、以上のような事情に鑑みてなされたものであり、遠心力により上層液と下層液とに分離された2液相系（あるいはそれ以上の数の液相系）から、全くコンタミネーションを生じることなく確実に下層液だけを抽出することができる遠沈管を提供することを目的とする。

## 【0008】

## 【課題を解決するための手段】

請求項1に係る発明は、上部が開口した有底の筒状をなす容器本体と、この容器本体の上部開口を解放可能に液密に閉塞する密閉手段とを備えた遠沈管において、前記容器本体の内部に、それより小径の内筒を挿入し固定して、容器本体の内周面と内筒の外周面との間に遠心分離室が形成されるようにし、その遠心分離室の上部および下部を前記内筒の内側の抽出室とそれぞれ連通させるとともに、前記内筒内に、その軸線方向に摺動自在にかつ抜脱可能に、下端部が前記容器本体の内底面付近まで挿入されるピストン栓を嵌挿し、前記ピストン栓が前記内筒内へ最奥まで差し入れられたときに前記遠心分離室の上部および下部と前記抽出室との連通をそれぞれ遮断し、前記ピストン栓が前記内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に前記遠心分離室の上部空間と前記抽出室のピストン栓下端面側の空間とを連通させるようにしたことを特徴とする。

## 【0009】

請求項2に係る発明は、請求項1記載の遠沈管において、前記密閉手段と前記ピストン栓とを接続させたことを特徴とする。

## 【0010】

請求項3に係る発明は、請求項1または請求項2記載の遠沈管において、前記ピストン栓が前記内筒内へ嵌挿されたときに内筒の内周面に液密に密接するシール材を、前記ピストン栓の外周面に挿着したことを特徴とする。

## 【0011】

請求項4に係る発明は、請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の遠沈管に

において、前記内筒の上端面が前記容器本体の内部で開口して、前記遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、前記ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔を形設したことを特徴とする。

## 【0012】

請求項5に係る発明は、請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の遠沈管において、前記内筒に連通孔が穿設されて、その連通孔を通し前記遠心分離室の上部と内筒の内側の抽出室とが連通し、前記ピストン栓の内部に、その下端面と外周面とで開口した細孔を形設するとともに、前記ピストン栓の外周面に、前期細孔と連通する溝もしくは凹面部を形設したことを特徴とする。

## 【0013】

請求項6に係る発明は、請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の遠沈管において、前記内筒の内径を、その下端部に比べてそれより上側の部分が大きくなるようにしたことを特徴とする。

## 【0014】

請求項1に係る発明の遠沈管は、その容器本体内に遠心力で分離しようとする液体を注入した後、ピストン栓を内筒内へ最奥まで差し入れ、密閉手段によって容器本体の上部開口を液密に閉塞させ、この状態で遠心分離機にかけられる。このとき、ピストン栓の下端部が容器本体の内底面付近まで挿入されることにより、内筒の内側の抽出室に溜まっていた液体は、ピストン栓によって抽出室から容器本体の内周面と内筒の外周面との間の遠心分離室の下部へ全て押し出される。また、遠心分離中には、遠心分離室の上部および下部と抽出室との連通が遮断されるので、遠心分離室から抽出室内へ液体が流入することはない。そして、遠沈管内の液体は、遠心分離室内において比重の差によって上層液と下層液とに分離される。このとき、内筒の下端位置を適切に設定しておくことにより、内筒の下端は、上層液と下層液との境界面より下方に位置し、内筒の下端部が下層液中に漬かった状態となる。

## 【0015】

遠心分離機により遠沈管内で液体が上層液と下層液とに分離させられた後、遠沈管内から下層液だけを抽出するには、密閉手段によって閉塞されていた容器本

体の上部開口を開放し、ピストン栓を内筒内からゆっくりと引き出す。これにより、遠心分離室内の下層液が内筒の内側の抽出室内へ緩やかに吸入される。ここで、遠心分離室内から抽出室内へ液体が吸入され続けると、下層液だけでなく上層液まで抽出室内へ流入して、抽出室内で下層液に上層液の一部が混ざり合い、下層液にコンタミネーションを生じることになる。しかし、この遠沈管では、ピストン栓が引き出される途中に、遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが連通させられる。したがって、抽出室内の下層液の液面と遠心分離室内の上層液の液面とには、それぞれ同じ気圧がかかることになる。このため、ピストン栓がさらに引き出されても、抽出室内の下層液がピストン栓によって吸い上げられることが抑えられる。

## 【0016】

以上のように、この遠沈管では、遠心分離室内の下層液は、ピストン栓によって緩やかに内筒の内側の抽出室内へ吸入されるので、遠心分離室内の上層液と下層液との境界面が乱され上層液の一部が下層液側に混ざり込んで下層液と一緒に内筒の内側の抽出室内へ流入する、といったことは起こらない。また、遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが連通させられる時のピストン栓の引上げ位置を適切に設定しておくことにより、下層液だけでなく上層液まで抽出室内へ流入して抽出室内で下層液に上層液の一部が混ざり合う、といったことが起こらない。したがって、ピストン栓が内筒内から完全に引き抜かれた際には、抽出室内に下層液だけが溜まることになる。抽出室内に溜まった下層液は、分注ノズル（手作業による場合はピペット等。以下では、分注ノズルを用いた場合で説明する。）の下端部を内筒内へ深く差し入れ、分注ノズルの下端を下層液中に挿入した後、シリンジを駆動させるなどして、分注ノズル内へ吸入される。この際、内筒の下端位置を適切に設定しておくことにより、分注ノズル内へ下層液を所定量吸入した後も、内筒の下端は、上層液と下層液との境界面より下方に位置した状態となる。

## 【0017】

請求項2に係る発明の遠沈管では、密閉手段とピストン栓とが接続して一体化されているので、密閉手段によって容器本体の上部開口を液密に閉塞させたとき

に、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられ、密閉手段によって閉塞されていた容器本体の上部開口を開放した後、密閉手段を引き上げると、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される。

## 【0018】

請求項3に係る発明の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられたときに、ピストン栓の外周面に挿着されたシール材が内筒の内周面に液密に密接することにより、遠心分離室の上部および下部と抽出室との連通が遮断される。

## 【0019】

請求項4に係る発明の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、ピストン栓の内部に形設された細孔の、ピストン栓外周面の開口が内筒の上端を通過することにより、遠心分離室の上部と抽出室のピストン栓下端面側の空間とがピストン栓の細孔を通して連通する。

## 【0020】

請求項5に係る発明の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、ピストン栓の外周面に形設された溝もしくは凹面部の上端部が、内筒に穿設された連通孔を通過することにより、遠心分離室の上部と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが、内筒の連通孔、ピストン栓外周面の溝もしくは凹面部と内筒の内周面との間の隙間およびピストン栓の細孔を通して連通する。

## 【0021】

請求項6に係る発明の遠沈管では、前記内筒の内径が、その下端部に比べてそれより上側の部分を大きくされているので、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられたときに、容器本体の内周面と内筒の外周面との間の遠心分離室の下部および上部と内筒の内側の抽出室との連通がそれぞれ遮断される一方、ピストン栓を、それが内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出す途中において、ピストン栓の下端部外周面と内筒の、その内径が大きくされた内周面との間に隙間が形成されることにより、遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とが、前記隙間を通して連通することになる。

## 【0022】

## 【発明の実施の形態】

以下、この発明の好適な実施形態について図1ないし図8を参照しながら説明する。

## 【0023】

図1ないし図3は、この発明の1実施形態を示し、図1は、遠沈管を容器本体とキャップ部とに分離させ容器本体の一部を破断した状態で示す正面図であり、図2は、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す縦断面図、図3は、図2のIII-III矢視断面図である。

## 【0024】

この遠沈管は、上部が開口した有底の筒状をなす容器本体10と、この容器本体10の上部に着脱自在に係合し容器本体10の上部開口を液密に閉塞するキャップ部12とから構成されている。容器本体10の上端部の外周面にはねじ部14が形設されており、容器本体10の内部には、容器本体10より小径の内筒16が、互いの軸心線を一致させるようにして挿入され、容器本体10の内壁面に上・下のブリッジ18を介して内筒16が固定されている。内筒16は、上端および下端が開口した円筒状をなし、上端面が容器本体10の上部開口面と対向するように容器本体10の内部で開口し、下端面が容器本体10の内底面と対向するように容器本体10の内底部で開口している。そして、容器本体10の内周面と内筒16の外周面との間に遠心分離室20が形成され、内筒16の内側が抽出室22となっている。遠心分離室20の上部および下部は、内筒16の上端開口面および下端開口面とそれぞれ空間的に連通している。容器本体10および内筒16は、例えばガラスによって形成され、特に容器本体10は、遠心荷重に耐えることができるように厚手のガラスで形成される。

## 【0025】

キャップ部12は、密閉蓋24と棒状のピストン栓26とから構成され、それらが止め具28によって連結され一体化されている。密閉蓋24の内側面には、容器本体10の上端部のねじ部14と螺合するねじ部30が形設されており、密閉蓋24を容器本体10の上端部に被せて螺入することにより、容器本体10の

上部開口を液密に閉塞することが可能である。ピストン栓 26 は、容器本体 10 の内筒 16 内に嵌挿することができるとともに内筒 16 内から抜き出すことができるように、その外径寸法が内筒 16 の内径寸法より僅かに小さくされている。ピストン栓 26 の長さは、図 2 に示すように、密閉蓋 24 を容器本体 10 の上端部に最後までねじ込んでピストン栓 26 を内筒 16 内へ最も奥まで差し入れたときに、その下端部が容器本体 10 の内底面付近まで挿入され内筒 16 の下端から僅かに突き出る程度とされる。ピストン栓 26 は、例えばフッ素樹脂によって形成される。

## 【0026】

ピストン栓 26 の外周面には、その下端付近および上部にそれぞれシール材、例えばオーリング 32、34 が挿着されている。そして、ピストン栓 26 を内筒 16 内へ嵌挿させたときに、それぞれのオーリング 32、34 は、内筒 16 の内周面に液密に密接し、かつ、ピストン栓 26 がその軸線方向に摺動自在となるように内筒 16 の内周面に摺接する。ピストン栓 26 の軸線方向における各オーリング 32、34 の挿着位置は、図 2 に示すように、密閉蓋 24 を容器本体 10 の上端部に最後までねじ込んでピストン栓 26 を内筒 16 内へ最も奥まで差し入れたときに、内筒 16 の上端近傍および下端近傍にそれぞれ停止するような位置とされる。このため、ピストン栓 26 を内筒 16 内へ最も奥まで差し入れた状態では、遠心分離室 20 の下部および上部と内筒 16 の内側の抽出室 22 とは、各オーリング 32、34 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断される。なお、オーリング 32、34 をピストン栓 26 の外周面に挿着する代わりに、オーリングを内筒 16 の内周面の上端近傍および下端近傍にそれぞれ内挿して固着するようにしてもよい。

## 【0027】

また、ピストン栓 26 には、その内部に細孔 36 が形設され、細孔 36 は、ピストン栓 26 の下端面と外周面の複数個所で開口している。細孔 36 の、ピストン栓 26 の外周面の開口位置は、ピストン栓 26 の外周面へのオーリング 34 の挿着位置に近接しその僅かに下側とされる。

## 【0028】

次に、以上のような構成を有する遠沈管を使用し、液体を遠心分離して下層液だけを抽出する操作を図4 および図5に基づいて説明する。

#### 【0029】

まず、容器本体10からキャップ部12を取り外した状態で、容器本体10内へ遠心力で分離しようとする液体を注入する。血清中に含まれる薬物をクロロホルムで抽出する場合を例にとると、例えば0.5ccの血清、0.5ccの緩衝液および3.5ccのクロロホルムを順次容器本体10内へ注入する。次に、図2に示すように、ピストン栓26を内筒16内へ嵌挿して密閉蓋24を容器本体10の上端部に被せ、密閉蓋24を容器本体10の上端部に最後までねじ込みピストン栓26を内筒16の最も奥まで差し入れて、ピストン栓26の下端部が容器本体10の内底面付近まで挿入され内筒16の下端から僅かに突き出た状態にする。これにより、容器本体10の内部は液密に閉塞され、内筒16の内側の抽出室22に溜まっていた液体（クロロホルム）は、ピストン栓26によって抽出室22の下部から容器本体10の内周面と内筒16の外周面との間の遠心分離室20の下部へ全て押し出される。この状態の遠沈管を振盪機にかけた後、遠心分離機にかける。この際、遠心分離室20の下部および上部と内筒16の内側の抽出室22とは、各Oリング32、34によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断されているので、遠心分離中に、遠心分離室20から抽出室22内へ液体が流入することはない。このため、遠沈管内の液体は、図4の(a)に部分縦断面図を示すように、遠心分離室20内において比重の差によって上層液（水層）38と下層液（クロロホルム）40とに分離される。この際に、内筒16の下端が上層液38と下層液40との境界面より下方に位置し、内筒16の下端部が下層液40中に漬かった状態となるように、上述した液体の注入量を調節しておくようにする。

#### 【0030】

遠心分離操作が終わると、遠心分離機から遠沈管を取り出し、キャップ部12の密閉蓋24を捻って容器本体10の上端部から取り外す。そして、図4の(b)に示すように、ピストン栓26を内筒16内からゆっくりと引き出す。これにより、遠心分離室20内の下層液40が内筒16の内側の抽出室22内へ緩やか



に吸入される。このように、遠心分離室 20 内の下層液 40 は、ピストン栓 26 によって緩やかに抽出室 22 内へ吸入されるので、この抽出室 22 内へ下層液 40 の吸入過程で、遠心分離室 20 内の上層液 38 と下層液 40 との境界面が乱され上層液 38 の一部が下層液 40 側に混ざり込んで下層液 40 と一緒に抽出室 22 内へ流入する、といったことは起こらない。

#### 【0031】

引き続いてピストン栓 26 を引き出していく途中に、ピストン栓 26 の外周面に挿着された O リング 34 が内筒 16 の上端縁から離脱し、ピストン栓 26 の内部に形設された細孔 36 の、ピストン栓 26 外周面の開口が内筒 16 の上端を通過すると、遠心分離室 20 の上部空間と抽出室 22 のピストン栓 26 下端面側の空間とがピストン栓 26 の細孔 36 を通して連通することになる。これにより、抽出室 22 内の下層液 40 の液面と遠心分離室 20 内の上層液 38 の液面とに、それぞれ同じ気圧がかかることになる。このため、図 4 の (c) に示すように、ピストン栓 26 をさらに引き出していても、抽出室 22 内の下層液 40 がピストン栓 26 によって吸い上げられることが抑えられるので、下層液 40 だけでなく上層液 38 まで抽出室 22 内へ流入して抽出室 22 内で下層液 40 に上層液 38 の一部が混ざり合う、といったことは起こらない。

#### 【0032】

内筒 16 内からピストン栓 26 が完全に引き抜かれると、図 4 の (d) に示すように、遠心分離室 20 内の上層液 38 の液面と抽出室 22 内の下層液 40 の液面とがほぼ一致した状態、正確には、比重の関係で、抽出室 22 内の下層液（クロロホルム）40 の液面が遠心分離室 20 内の上層液（水層）38 の液面より少しだけ下方になる。この際に、抽出室 22 内に下層液 40 だけが溜まった状態となるように、上述したクロロホルムの注入量を調節しておくようにする。抽出室 22 内に溜まった下層液 40 を自動分注装置（図示せず）により抽出するには、遠沈管を固定し、ノズル駆動機構（図示せず）により、図 5 に示すように、分注ノズル 42 を下降させて、分注ノズル 42 の下端部をなしているディスポーザブルチップ（使い捨てチップ）44 の下端部を容器本体 10 の上部開口を通して内筒 16 内へ深く差し入れる。そして、ディスポーザブルチップ 44 の下端を下層

液 40 中に挿入した後、シリンジ（図示せず）を駆動させることにより、ディスプレイポザブルチップ 44 の下端口を通してチップ 44 内へ下層液 40 を吸入する。また、手作業による場合は、同様に、ピペッタ（図示せず）の下端部を容器本体 10 の上部開口を通して内筒 16 内へ深く差し入れ、ピペッタの下端を下層液 40 中に挿入した後、ピペッタ内へ下層液 40 を吸入する。

## 【0033】

次に、図 6 は、この発明の別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。

## 【0034】

この遠沈管の容器本体 46 の内部には、その上端開口部付近から内底面付近まで内筒 48 が挿入され、容器本体 46 の、キャップ部 50 の密閉蓋 52 が被される口部の内周面に、内筒 48 の上端部外周面が溶着されて、容器本体 46 に内筒 48 が一体化されて固定されている。したがって、容器本体 46 の内周面と内筒 48 の外周面との間に形成される遠心分離室 54 の上部は、空間的に閉塞されている。一方、内筒 48 には、遠心分離室 54 の上部に対応する位置に複数の連通孔 56 が穿設されており、それらの連通孔 56 を通して遠心分離室 54 の上部と内筒 48 の内側の抽出室 58 とが連通している。

## 【0035】

キャップ部 50 の密閉蓋 52 に止め具 60 によって連結され一体化された棒状のピストン栓 62 は、内筒 48 の全長にわたって嵌挿され、ピストン栓 62 を内筒 48 内へ最も奥まで差し入れたときに、その下端部が容器本体 46 の内底面付近まで挿入され内筒 48 の下端から僅かに突き出る程度の長さのピストン栓 62 が形成されている。また、ピストン栓 62 の外周面には、その下端付近、および、ピストン栓 62 が内筒 48 内へ最も奥まで差し入れられたときに内筒 48 の連通孔 56 を液密に塞ぐ位置に、それぞれ O-リング 64、66 が挿着されている。このため、図 1 ないし図 3 に示した遠沈管と同様に、ピストン栓 62 を内筒 48 内へ最も奥まで差し入れた状態では、遠心分離室 54 の下部および上部と内筒 48 の内側の抽出室 58 とは、各 O-リング 64、66 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断されるようになっている。

## 【0036】

ピストン栓 62 の内部には、ピストン栓 62 の下端面と外周面の複数個所で開口する細孔 68 が形設されている。また、ピストン栓 62 の外周面は、上・下の O-リング 64、66 の両挿着位置の間が細径に形成されて凹面部 70 となっており、その凹面部 70 に連通するように細孔 68 が形成されている。なお、ピストン栓 62 の外周面を部分的に細径に形成して凹面部 70 とする代わりに、ピストン栓の外周面に細孔と連通する複数本の縦溝を形設するようにしてもよい。図 6 中の符号 72 は、パッキンを示す。

## 【0037】

また、図 7 は、この発明のさらに別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。

## 【0038】

この遠沈管は、容器本体 74 の内部に内筒 76 を挿脱可能に挿入し固定することができるようになっている。すなわち、内筒 76 は、容器本体 74 の口部に密接するような外径寸法に形成され、上端付近に環状突起部 78 を有しており、内筒 76 を容器本体 74 内へ挿入して環状突起部 78 を容器本体 74 の上端面に、パッキン 80 を介在させて密着させた後、内周面にねじ部 84 が形設され内筒 76 の上端部に嵌合する円筒状の固定具 82 を、容器本体 74 の上端部に被せて容器本体 74 のねじ部 86 に螺入することにより、容器本体 74 に内筒 76 が固定される。容器本体 74 から内筒 76 を分離させるときは、容器本体 74 の上端部から固定具 82 を取り外した後、内筒 76 を容器本体 74 内から引き抜くようにすればよい。

## 【0039】

内筒 76 には、図 6 に示した遠沈管と同様に、容器本体 74 の内周面と内筒 76 の外周面との間に形成される遠心分離室 88 の上部と内筒 76 の内側の抽出室 90 とを連通させる複数個の連通孔 92 が穿設されている。さらに、内筒 76 の上端部内周面には、ねじ部 94 が形設されている。

## 【0040】

また、図 7 に示した遠沈管は、キャップ部 96 を構成する密閉蓋 98 と棒状の

ピストン栓 100 とがフッ素樹脂等により一体成形されている。密閉蓋 98 と連接するピストン栓 100 の上端部外周面には、内筒 76 の上端部外周面のねじ部 94 と螺合するねじ部 102 が形設されている。そして、ピストン栓 100 を内筒 76 内へ嵌挿し、ピストン栓 100 の上端部を内筒 76 の上端部に螺入することにより、密閉蓋 98 によって内筒 76 の上端開口面を液密に閉塞することができるようになっている。また、ピストン栓 100 には、図 6 に示した遠沈管と同様に、その外周面に 2 つのオーリング 104、106 が挿着されており、ピストン栓 100 を内筒 76 内へ最奥まで差し入れたときに、遠心分離室 88 の下部および上部と内筒 76 の内側の抽出室 90 とが、各オーリング 104、106 によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断されるようになっている。さらに、ピストン栓 100 には、その内部に、ピストン栓 100 の下端面と外周面の複数個所で開口する細孔 108 が形設され、外周面に、上・下のオーリング 104、106 の両挿着位置の間に凹面部 110 が形設されている。

#### 【0041】

図 6 および図 7 にそれぞれ示した各遠沈管を用いた下層液の抽出操作も、図 1 ないし図 3 に示した遠沈管を使用した場合と同様に行われるが、遠心分離操作が終了した後、遠沈管内から下層液を抽出するときに、図 6 および図 7 に示した各遠沈管では、ピストン栓 62、100 を引き出していく途中に、ピストン栓 62、100 の外周面に挿着されたオーリング 66、106 が内筒 48、76 の連通孔 56、92 から上方へ位置ずれし、ピストン栓 62、100 の外周面に形設された凹面部 70、110 の上端部が、内筒 48、76 の連通孔 56、92 を通過することにより、遠心分離室 54、88 の上部と抽出室 58、90 のピストン栓 62、100 下端面側の空間とが、内筒 48、76 の連通孔 68、108、ピストン栓 62、100 外周面の凹面部 70、110 と内筒 48、76 の内周面との間の隙間およびピストン栓 62、100 の細孔 68、108 を通して連通する。これにより、抽出室 58、90 内の下層液の液面と遠心分離室 54、88 内の上層液の液面とに、それぞれ同じ気圧がかかることになる。

#### 【0042】

以上の各実施形態では、ピストン栓 26、62、100 が内筒 16、48、7

6内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される途中に、遠心分離室20、54、88の上部と抽出室22、58、90のピストン栓26、62、100下端面側の空間とを連通させるために、ピストン栓26、62、100の内部に細孔36、68、108を形設するようにしたが、そのような機能を果たす連通手段は、ピストン栓26、62、100の内部に形設される細孔36、68、108に限らない。例えば、図8に示すように、本体容器112の内部に挿入されて固定される内筒114の内径を、下端部に比べてそれより上側の部分が大きくなるようにし、ピストン栓120を内筒114内へ最奥まで差し入れたときに、ピストン栓120の外周面の下端付近に挿着されたオーリング122が、内筒114の厚肉部（小内径部）116の内周面に密接し、ピストン栓120の外周面の上部に挿着されたオーリング124が、内筒114の薄肉部（大内径部）118の内周面に密接するような構成とする。このような構成とすることにより、ピストン栓120を内筒114内へ最奥まで差し入れた状態において、容器本体112の内周面と内筒114の外周面との間の遠心分離室126の下部および上部と内筒114の内側の抽出室128とは、各オーリング122、124によって空間的な連通がそれぞれ完全に遮断され、一方、ピストン栓120を、それが内筒114内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出す途中において、ピストン栓120の外周面の下端付近に挿着されたオーリング122が内筒114の厚肉部116から離脱した以降に、遠心分離室126の上部空間と抽出室128のピストン栓120下端面側の空間とが、内筒114の薄肉部118の内周面とピストン栓120の外周面との間の隙間を通して連通することになる。

#### 【0043】

##### 【発明の効果】

請求項1に係る発明の遠沈管を使用すると、遠心力により上層液と下層液とに分離された2液相系あるいはそれ以上の数の液相系から、上層液とのコンタミネーションを全く生じることなく確実に下層液だけを抽出することができる。

#### 【0044】

請求項2に係る発明の遠沈管では、密閉手段によって容器本体の上部開口を液密に閉塞させたときに、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられ、密閉手段

によって閉塞されていた容器本体の上部開口を開放した後、密閉手段を引き上げると、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出されるので、操作を手際良く行うことができる。

## 【0045】

請求項3に係る発明の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられたときにおける遠心分離室の上部および下部と抽出室との間の遮断が確実に行われる。

## 【0046】

請求項4ないし請求項6に係る各発明の遠沈管では、ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられた状態から引き出される途中における遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間との連通が確実に行われる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

この発明の1実施形態を示し、遠沈管を容器本体とキャップ部とに分離させ容器本体の一部を破断した状態で示す正面図である。

## 【図2】

図1に示した遠沈管の、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す縦断面図である。

## 【図3】

図2のIII-III矢視断面図である。

## 【図4】

図1に示した遠沈管を使用し、液体を遠心分離して下層液だけを抽出する操作を各工程ごとに説明するための部分縦断面図である。

## 【図5】

図1に示した遠沈管を使用して液体を遠心分離した後、下層液だけを抽出する操作における最終工程を説明するための縦断面図である。

## 【図6】

この発明の別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。

【図 7】

この発明のさらに別の実施形態を示し、容器本体にキャップ部を装着した状態を示す遠沈管の縦断面図である。

【図 8】

この発明の実施形態の変形例を示し、容器本体の内筒内にキャップ部のピストン栓を嵌挿した状態を示す遠沈管の部分縦断面図である。

【図 9】

従来の遠沈管の構成の 1 例を、容器本体にキャップ部を装着した状態で示す縦断面図である。

【図 10】

従来の遠沈管の別の構成例を、容器本体にキャップ部を装着した状態で示す縦断面図である。

【符号の説明】

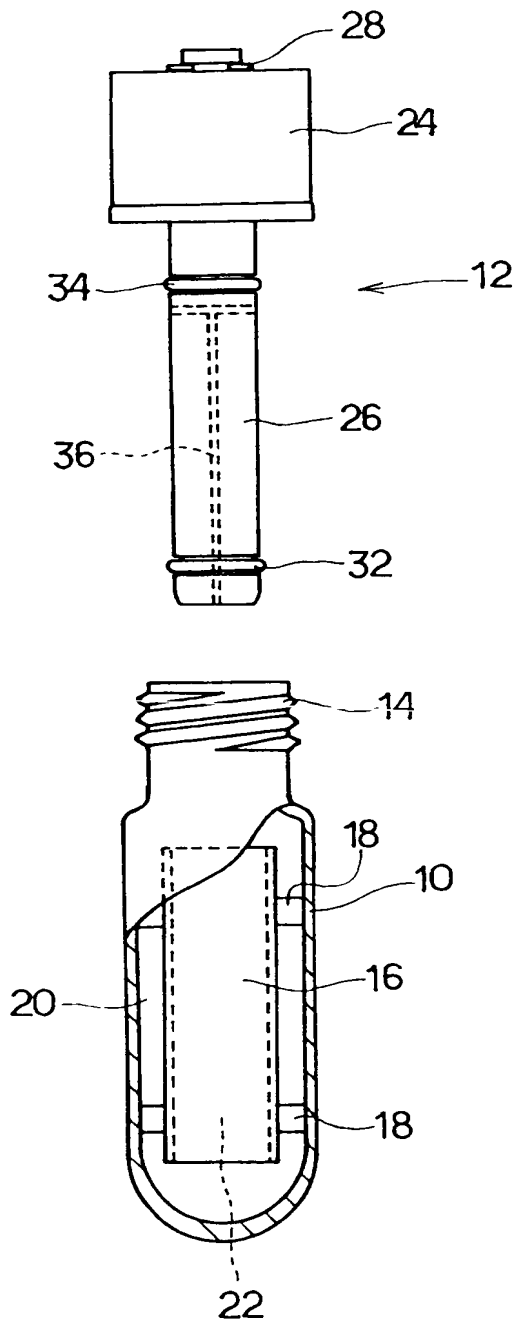
- 10、46、74、112 容器本体
- 12、50、96 キャップ部
- 14、86 容器本体のねじ部
- 16、48、76、114 内筒
- 18 ブリッジ
- 20、54、88、126 遠心分離室
- 22、58、90、128 抽出室
- 24、52、98 密閉蓋
- 26、62、100、120 ピストン栓
- 28、60 止め具
- 30 密閉蓋のねじ部
- 32、34、64、66、104、106、122、124 Oーリング
- 36、68、108 細孔
- 38 上層液
- 40 下層液
- 42 分注ノズル

- 44 ディスポーザブルチップ
- 56、92 内筒の連通孔
- 70、110 ピストン栓外周面の凹面部
- 72、80 パッキン
- 78 内筒の環状突起部
- 82 固定具
- 84 固定具のねじ部
- 94 内筒のねじ部
- 102 ピストン栓のねじ部
- 116 内筒の厚肉部（小内径部）
- 118 内筒の薄肉部（大内径部）



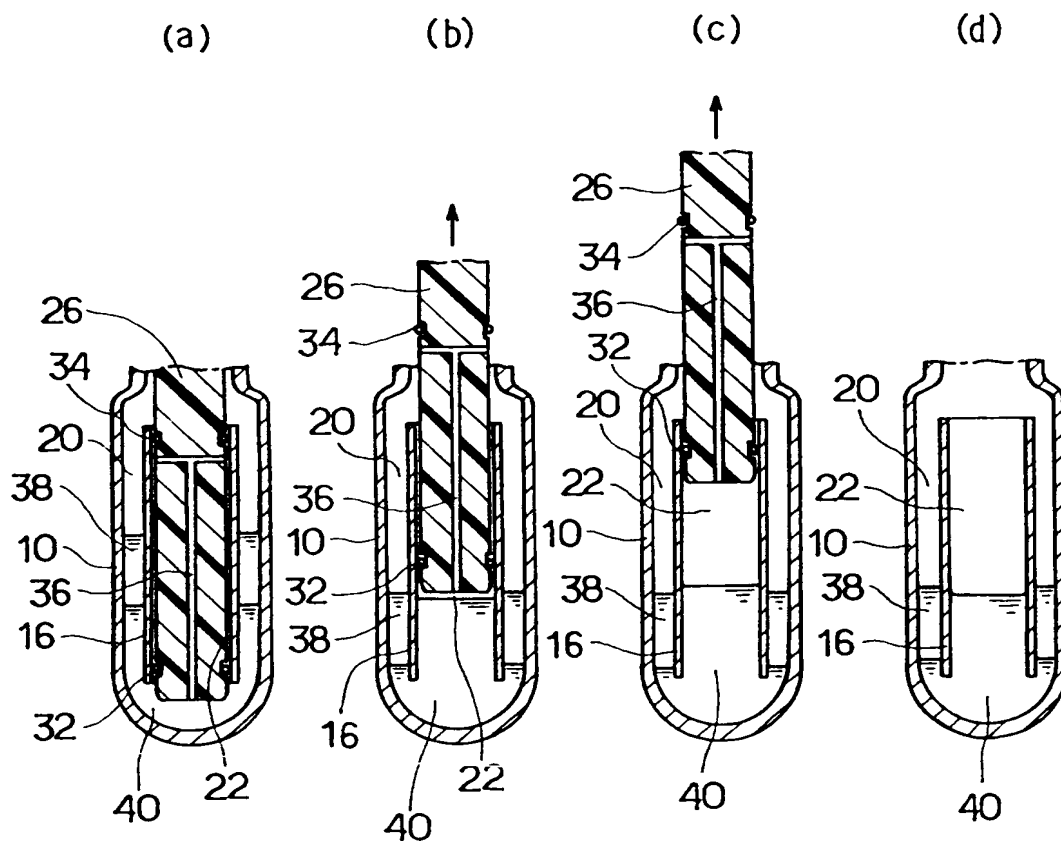
【書類名】 図面

【図1】

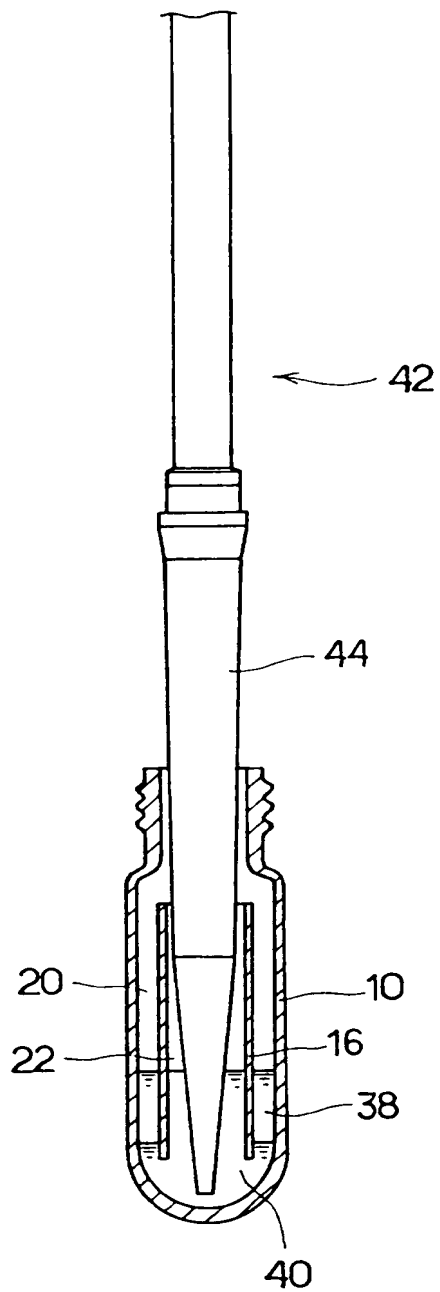




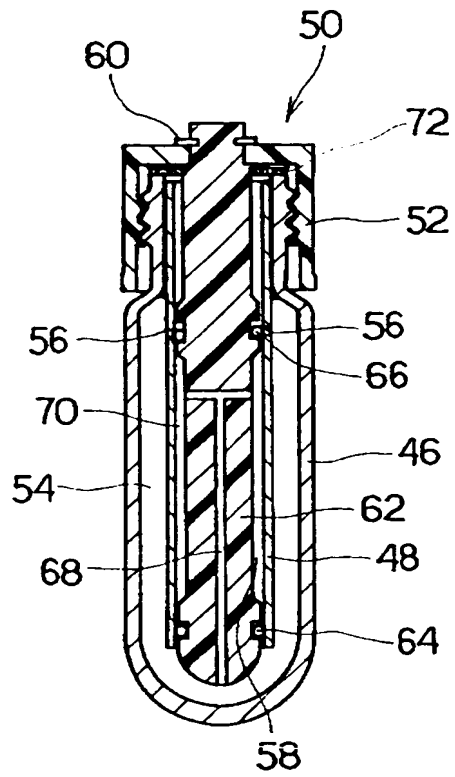
【図 4】



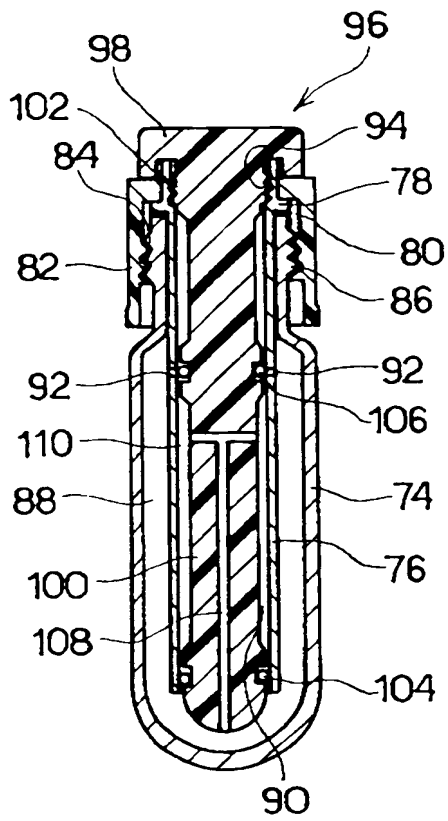
【図 5】



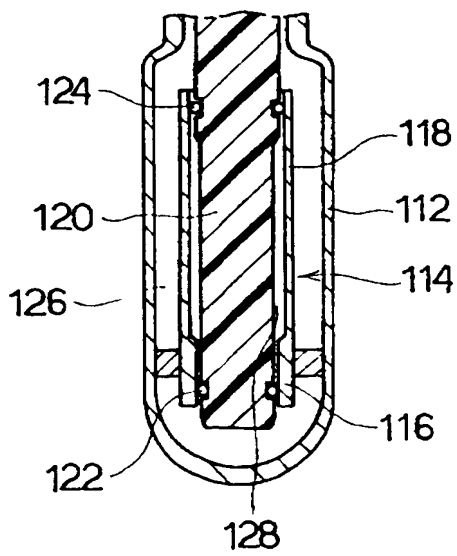
【図 6】



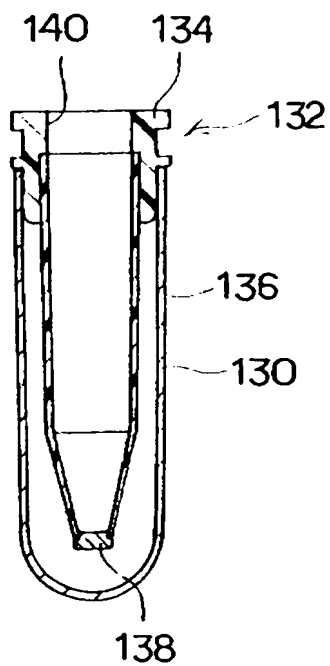
【図 7】



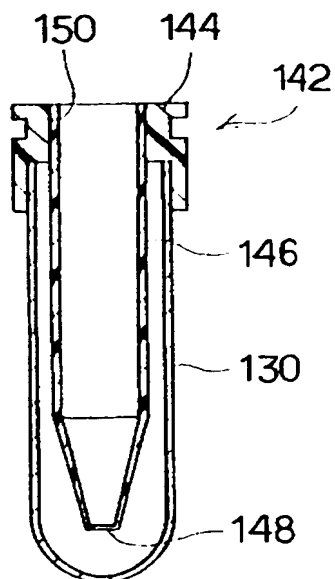
【図 8】



【図 9】



【図 10】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 遠心力により上層液と下層液とに分離された２液相系からコンタミネーションを生じることなく下層液だけを抽出できる用具を提供する。

【手段】 上部が開口した容器本体 10 の内部に内筒 16 を挿入して固定し、容器本体内周面と内筒外周面との間に形成される遠心分離室 20 の上部および下部を内筒の内側の抽出室 22 と連通させる。容器本体の上部開口を液密に閉塞する密閉蓋 24 に一体化されたピストン栓 26 を、内筒内に摺動自在にかつ抜脱可能に、下端部が容器本体の内底面付近まで挿入されるように嵌挿する。ピストン栓が内筒内へ最奥まで差し入れられたときに遠心分離室の上部および下部と抽出室との連通を遮断するＯーリング 32、34 をピストン栓に挿着し、ピストン栓が内筒内から引き出される途中に遠心分離室の上部空間と抽出室のピストン栓下端面側の空間とを連通させる細孔 36 をピストン栓に形設する。

【選択図】 図 2



【書類名】 職権訂正データ  
 【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成10年11月26日  
 【特許出願人】  
     【識別番号】 591017892  
     【住所又は居所】 京都府長岡京市神足棚次 8 番地  
     【氏名又は名称】 株式会社大日本精機  
 【特許出願人】  
     【識別番号】 000005245  
     【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区道修町 3 丁目 4 番 7 号  
     【氏名又は名称】 藤沢薬品工業株式会社  
 【代理人】 申請人  
     【識別番号】 100088948  
     【住所又は居所】 京都府京都市右京区西大路通五条下ル東中水町 5  
                     ユタカ第 1 ビル 8 階間宮特許事務所  
     【氏名又は名称】 間宮 武雄

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[591017892]

1. 変更年月日	1990年12月29日
[変更理由]	新規登録
住 所	京都府長岡京市神足棚次8番地
氏 名	株式会社大日本精機

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005245]

1. 変更年月日 1990年 8月17日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 大阪府大阪市中央区道修町3丁目4番7号  
氏 名 藤沢薬品工業株式会社

